

## EUROPEAN PATENT OFFICE

D12

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 07216536  
PUBLICATION DATE : 15-08-95

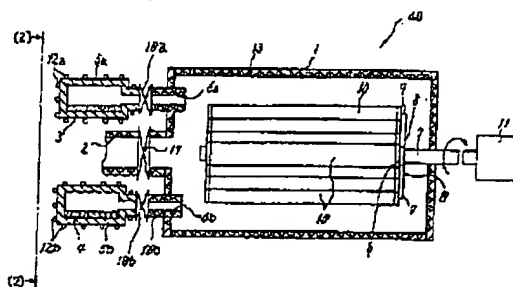
APPLICATION DATE : 24-01-94  
APPLICATION NUMBER : 06023414

APPLICANT : ULVAC JAPAN LTD;

INVENTOR : IJIMA MASAYUKI;

INT.CL. : C23C 14/12 C08F 2/00 C08F 2/34  
C08G 85/00 H01L 21/312

TITLE : OMNIDIRECTION SIMULTANEOUS  
VAPOR-DEPOSITION POLYMERIZER



ABSTRACT : PURPOSE: To conduct vapor deposition with the deposition rate increased and the polymer film thickened by fixing plural couples of monomer vessels to a vacuum deposition polymerization chamber through an inlet pipe and forming the polymer films on the entire surface of a material to be deposited.

CONSTITUTION: Two couples of monomer vessels 5a and 5b (only one couple shown in the figure) are connected to a vapor-deposition polymerization chamber 1 through valves 18a and 18b and inlet pipes 6a and 6b. A material to be deposited is placed in a barrel 10 in the chamber 1, and, for example, 4,4'-diaminodiphenyl ether is filled in one couple of the monomer vessels 5a and 5b and pyromellitic dianhydride in another couple of the monomer vessels. The barrel 10 is rotated with a motor 11, the chamber is evacuated to a specified pressure with an exhaust pipe 2, the chamber 1, inlet pipes 6a and 6b and exhaust pipe 2 are respectively heated with an embedded heater 13, the valves 18a and 18b are simultaneously opened, and a polyimide film is formed on the entire surface of the material. Consequently, the deposition rate is increased, and the formed polymer film is thickened.

COPYRIGHT: (C)1995,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-216536

(43) 公開日 平成7年(1995)8月15日

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 3 C 14/12		8414-4K		
C 0 8 F 2/00	M D B			
	M C F			
C 0 8 G 85/00	N V C			
H 0 1 L 21/312		Z 7352-4M		

審査請求 未請求 請求項の数 2 F D (全 6 頁)

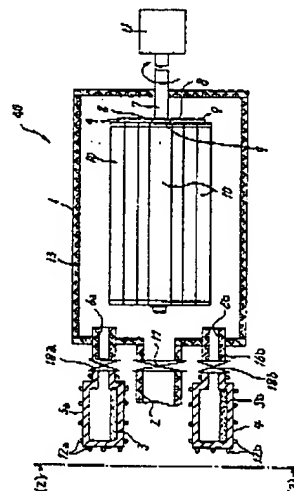
(21) 出願番号	特願平6-23414	(71) 出願人	000231464 日本真空技術株式会社 神奈川県茅ヶ崎市萩原2500番地
(22) 出願日	平成6年(1994)1月24日	(72) 発明者	飯島 正行 茨城県つくば市東光台 5-9-7 日本 真空技術株式会社筑波超材料研究所内
		(74) 代理人	井野士 飯阪 泰雄

(54) 【発明の名称】 全方向同時蒸着重合装置

## (57) 【要約】

【目的】 蒸着速度が大きく、膜厚の大きい高分子膜が得られる全方向同時蒸着重合装置を提供すること。

【構成】 二対のモノマ容器 5 a、5 a'、5 b、5 b' を、それぞれのパルプと導入管とを介して、蒸着重合室 1 に取り付け、蒸着重合を行なうに当たっては、被蒸着物を収容し、真空排気し、加熱した蒸着重合室 1 へ全モノマ容器から 2 種のモノマ蒸気を同時に導入する。



(2)

特開平7-216536

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 真空蒸着重合室内に原料として2種のモノマ蒸気を導入し、被蒸着材の全面に同時に高分子膜を形成させる全方向同時蒸着重合装置において、前記真空蒸着重合室内に複数対のモノマ容器及びその導入管が取り付けられていることを特徴とする全方向同時蒸着重合装置。

【請求項2】 前記モノマ容器が容易な加熱源を備えている請求項1に記載の全方向同時蒸着重合装置。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は蒸着重合装置に関するものであり、更に詳しくは、被蒸着材の全面に同時に高分子膜を形成させる全方向同時蒸着重合装置に関する。

【0002】

【従来の技術及びその問題点】 従来、半導体素子の絶縁膜、パッシベーション膜、ソフトラナー防止膜、及びコンデンサ誘電体膜等に用いられる各種高分子膜の形成方法としては、湿式法、ポリマ蒸着法、及びプラズマ重合法などが知られている。

【0003】 湿式法は原料モノマを適当な溶媒中で重合させた高分子を基板上に塗布する方法であり、ポリマ蒸着法は高分子そのものを基板上に蒸着させる方法であり、プラズマ重合法はモノマ蒸気をプラズマ状にして重合させ、基板上に析出させる方法である。然しながら、これらの方法にはそれぞれ不都合があり、湿式法では極薄膜が得られず、密着性が不十分で、不純物も混入し易い。ポリマ蒸着法では蒸着時に高分子が分解して低分子量のものしか得られず、プラズマ重合法においても重合時に分解が生じ、高分子量のものは得難い。

【0004】 これら従来法の不都合を解消する高分子膜の形成方法として、本出願人は、特開昭61-78463号、特開昭63-166961号の各公報において、真空中で各種のモノマを蒸発させ、基板上で重合させる蒸着重合法の技術を開示し、特開平4-173963号、特開平5-132763号、特開平5-132764号の各公報においては、上述の蒸着重合法を実施する装置としての全方向同時蒸着重合装置を開示している。

【0005】 以下、従来例として、図5、図6、図7に、これら全方向同時蒸着重合装置の一例を示す。すなわち、図5は従来例による全方向同時蒸着重合装置の破断側面図であり、図6は図5における〔6〕-〔6〕線方向の矢視図であり、図7は図5における〔7〕-〔7〕線方向の断面図である。

【0006】 図5、図6、図7において、全方向同時蒸着重合装置20の蒸着重合室1'はバルブ17を備えた排気管2'によって図示しない真空排気系と接続されている。また、この蒸着重合室1'に開口している導入管6a'、6b'にはそれぞれバルブ18a、18bを介

してモノマ容器5a、5bが取り付けられている。モノマ容器5aには高分子膜の原料としてのモノマ3が、又モノマ容器5bにはモノマ4が貯留され、このモノマ容器5a、5bの周囲にはそれぞれ加熱用のヒータ12a、12bが巻装されている。

【0007】 蒸着重合室1'の内部には、外部に設けたモータ11で駆動される回転軸7を中心にして放射状に延びた4本の支持柱8の先端部9にそれぞれ断面形状が六角形のバレル10が支持されており、4本のバレル10は円周上にある。そして、バレル10には図示しないが、モノマ3、4の蒸気の通路としての細孔が全面に設けられている。

【0008】 従来例の全方向同時蒸着重合装置20は以上のように構成されるが、被蒸着材に高分子膜を形成させる場合には、バレル10内に被蒸着材を収容した後、モータ11を駆動して回転軸7の回りに各バレル10を回転させる。同時に、真空排気系によって蒸着重合室1'内を所定の圧力に維持しつつ、モノマ容器5a、5bを加熱して導入管6a'、6b'から蒸着重合室1'内へモノマ3、4の蒸気を導入する。こうすることによって、被蒸着材の全表面にモノマ3、4の蒸気が蒸着されると共に重合して高分子膜が形成される。

【0009】 しかし、この従来例による全方向同時蒸着重合装置20においては、蒸着速度を大にしたい場合、高分子の膜厚を大にしたい場合に、限界がある。すなわち、蒸着速度を大にするには単位時間当りのモノマ蒸気の導入量を大にしなければならないが、この量は導入管6a'、6b'の内径など、そのコンダクタンスで決まり、モノマ3、4を可能な範囲で高温に加熱しても、蒸着速度を大きく変化させることはできない。

【0010】 そのために、導入管6a'、6b'の径を大にすると、それに伴いバルブ18a、18bも大となり、それらの熱容量が大となって加熱、冷却に多くの時間を要するようになり、好ましくない。

【0011】 又、生成させる高分子の膜厚を大にするには導入するモノマ蒸気の総量を大にしなければならないが、モノマ容器5a、5bの容積を大にすると、熱容量が増大し加熱、冷却に時間を要するようになるほか、モノマ量の多い時と少ない時とで蒸着量が大きく異なってくるなどの不都合がある。

【0012】

【発明が解決しようとする問題点】 本発明は上述の問題に鑑みてなされ、蒸着速度を大にすることができ、又、生成する高分子膜の膜厚を大にすることができる全方向同時蒸着重合装置を提供することを目的とする。

【0013】

【問題点を解決するための手段】 以上の目的は、真空蒸着重合室内に原料として2種のモノマ蒸気を導入し、被蒸着材の全面に同時に高分子膜を形成させる全方向同時蒸着重合装置において、前記真空蒸着重合室内に複数対の

(3)

特開平7-216536

3

モノマ容器及びその導入管が取り付けられていることを特徴とする全方向同時蒸着重合装置、によって達成される。

【0014】

【作用】真空蒸着重合室に複数対のモノマ容器、及びその導入管を取り付けており、それから同時にモノマ蒸気が真空蒸着重合室へ導入されるので蒸着速度が大となり、生成する高分子の膜厚が大となる。又、複数対のモノマ容器を順次使用すれば長時間を要するものの、膜厚の大きい高分子膜が得られる。

【0015】

【実施例】以下、本発明の実施例による全方向同時蒸着重合装置について、図面を参照して説明する。

【0016】すなわち、図1は第1実施例による全方向同時蒸着重合装置40の側断面図であり、図2は、図1における【2】-【2】線方向の矢視図である。なお、図1、図2において、従来例と共通する部分には同一の符号を付し、その詳細な説明は省略する。

【0017】図1において、蒸着重合室1の周壁部と左右の側壁部、真空排気管2、導入管6a、6bには加熱のためのヒータ13が埋設されており、図5に示した従来例の蒸着重合室1'等とは若干異なるが、このことは本発明とは関連していない。因みにこのヒータ13はモノマ3又は4の蒸気が付着凝結することを防ぐためのものである（特開平5-132763号公報）。

【0018】本発明の第1実施例が従来例と異なるところは、従来例の図6に対応する図2に見られるように、二対のモノマ容器5a、5b、5a'、5b'が蒸着重合室1に取り付けられていることにある。すなわち、モノマ容器5a、5a'にはモノマ3が、又、モノマ容器5b、5b'にはモノマ4が収容される。モノマ容器5a、5bがそれぞれバルブ18a、18bを介し、導入管

4

\*管6a、6bによって蒸着重合室1と接続されているように、モノマ容器5a'、5b'もバルブ18a'、18b'（図示されていない）を介し導入管6a'、6b'（図示されていない）によって蒸着重合室1と接続されている。そして、これら以外は従来例の全方向同時蒸着重合装置20と、全く同様になっている。

【0019】第1実施例による全方向同時蒸着重合装置40は以上のように構成されるが、次にこの作用について説明する。

10 【0020】パレル10内に被蒸着材としてのガラス板を収容し、モノマ容器5a、5a'には4、4'ジアニソジフェニルエーテル各30gr、モノマ容器5b、5b'にはピロメリト酸二無水物各30gを収容した。モータ11を駆動しパレル10を回転させると共に、バルブ17を開として、排気管2に繋がる真空排気系により蒸着重合室1内を $1 \times 10^{-4}$ Torrまで排気し、この圧力を維持させた。又、蒸着重合室1、導入管6a、6a'、6b、6b'、及び排気管2を埋設ヒータ13によって約200℃に加熱した。

20 【0021】一方、4、4'ジアニソジフェニルエーテルを収容したモノマ容器5a、5a'は180℃に、ピロメリト酸二無水物を収容したモノマ容器5b、5b'は210℃に加熱し、温度が一定した時点において、バルブ18a、18a'、18b、18b'を同時に開として、各モノマを蒸着重合室1へ導入した。そして60分間経過後には、被蒸着材のガラス板の表面全体に膜厚7.9μmのポリイミド膜が形成されていた。

30 【0022】比較のために、一対のモノマ容器5a、5bからなる従来例の全方向同時蒸着重合装置20によって同様な蒸着重合を行なったが、その結果を下表にまとめて示した。

	蒸着速度、 μm/分	ポリイミド膜の膜厚、 μm	成膜時間、 分
第1実施例	0.132	7.9	60
従来例	0.067	4.0	60

【0023】すなわち、第1実施例による蒸着重合では、従来例による場合と比較してほぼ2倍の蒸着速度が得られており、生成されたポリイミド膜の膜厚も同一成膜時間で、ほぼ2倍となった。

【0024】又、第1実施例による全方向同時蒸着重合装置40を用いたが、最初の30分間はモノマ容器5a、5bが空になるまで使用し、次いでモノマ容器5a'、5b'に切り換える蒸着重合を行ない、成膜時間を120分間とした時は、蒸着速度0.068μm/分、得られたポリイミド膜の膜厚は8.2μmであった。

【0025】次に、本発明の第2実施例による全方向同時蒸着重合装置60を説明する。図3は、第1実施例の図2に対応する、第2実施例の図面である。なお、第2

40 実施例の側断面図は第1実施例の図1と全く同様となるので省略した。すなわち、第2実施例では、モノマ容器5a、5a'、5a''、5b、5b'、5b''の三対が設けられ、それぞれは、バルブ18a、18a'、18a''、18b、18b'、18b''（図示されていない）を介し、導入管6a、6a'、6a''、6b、6b'、6b''（図示されていない）によって蒸着重合室1と接続されているが、これら以外は第1実施例と全く同様に構成されている。モノマ容器を三対設けていることにより、従来例の装置20と比較し3倍の速さの蒸着速度、3倍の高分子膜厚が得られる。

50 【0026】又図4に、本発明の全方向同時蒸着重合装置のモノマ容器に使用した場合に好ましい結果を与える増設可能な加熱源の一例としての加熱筒70を示した。

(4)

特開平7-216536

5

すなわち、図4は加熱筒70の断面図であり、何れのモノマ容器にも適用され得るが、ここではモノマ容器35aとして示している。モノマ容器35aは有底の直管部34と開口側の挿入部82とからなり、その境界にOリング37を押圧保持するための突起33が設けられている。モノマ容器35aは導入管61の拡張部62へ挿入嵌合されるが、この時、Oリング37が突起33と導入管61の保持部63との間に挟持されて気密に接続される。

【0027】モノマ容器35aの加熱源としての加熱筒70はモノマ容器35aとは間隙をあけて全体を覆うように設けられる。加熱筒70は内筒74と外筒75との間において、内筒74に抵抗加熱電線71が巻装されており、これを断熱材としてのガラスウール73が包んでいる。又、高温になる外筒75の周囲には間隙をあけて外被76が設けられている。なお、抵抗加熱電線71は接続部72a、72bによって外部へ導出され、支持台83上の導線84を経て、図示しない電源に接続されている。

【0028】そして、この加熱筒70は、外筒75の下面の2箇所において固定されたボルト77とこれに螺合されるナット78とによって、支持台81、83に固定されている。又、支持台81、83はそれぞれのライダ81R、83Rによって、ガイドレール86上を走行するようになっており、ガイドレール86は支持柱88に支持されたレール固定台87上に固定されている。更には、支持台81には位置決め部材82が取り付けられており、これがレール固定台87の端部に設けたストップ85と当接することによって、加熱筒70が位置決めされる。

【0029】この加熱筒70はモノマ容器35とは独立しているので、別な場所で前もって加熱しておいた加熱筒70をガイドレール86に沿って移動させて、モノマ容器35aに覆い被せることにより、モノマ容器35aの加熱を開始することができ、蒸着重合の完了後は、直ちに加熱筒70をモノマ容器35から遊ばせることにより、ヒータとしての余熱を無くし得る。すなわち、加熱時間、冷却時間を短縮できる。又、加熱筒70の着脱操作により、モノマ3（又は4）の蒸着開始、蒸着停止ができるので、モノマ容器35aと蒸着重合室1との間のバルブ13aを省くことができる。

【0030】以上、本発明の各実施例について説明したが、勿論、本発明はこれらによって限定されることなく、本発明の技術的思想に基づいて種々の変形が可能である。

【0031】例えば各実施例においては、各モノマ容器とその導入管を、蒸着重合室1の排気管2側の側壁に取り付けたが、これらを蒸着重合室1の両壁に取り付けてもよい。

【0032】又、各実施例においては、各モノマ容器を

6

閉容器としたが、各モノマ容器にモノマ補給機構を設けてもよい。モノマ補給機構を設けることにより、例えば第1実施例において、モノマ容器5a、5bが空になった後、モノマ容器5a'、5b'に切り換えて蒸着重合を行なうような場合に、モノマ容器5a'、5b'を使用している間に、モノマ容器5a、5bにそれぞれモノマ3、4を補給しておくような連続的な蒸着重合が可能となり、蒸着層材上に任意の厚みの高分子膜が得られるようになる。

【0033】又、第1実施例においては蒸着重合によるポリイミド膜の形成を取り上げたが、他種のポリイミド膜、ポリアミド膜、その他、2種の反応性モノマを使用する高分子膜の蒸着重合にも、本発明の全方向同時蒸着重合装置が適用されることは言うまでもない。

【0034】

【発明の効果】以上述べたように本発明の全方向同時蒸着重合装置によれば、蒸着速度を大にすることができ、かつ生成する高分子膜の膜厚を大にすることができる。又、複数対のモノマ容器を一対ずつ順に使用し、長時間をかけて膜厚の大きい高分子膜を形成させることもできる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の第1実施例による全方向同時蒸着重合装置の側断面図である。

【図2】図1における[2] - [2]線方向の矢視図である。

【図3】本発明の第2実施例による全方向同時蒸着重合装置についての、第1実施例の図2に対応する矢視図である。

【図4】本発明の全方向同時蒸着重合装置のモノマ容器に使用される加熱源の一例としての加熱筒の側断面図である。

【図5】従来例による全方向同時蒸着重合装置の側断面図である。

【図6】図5における[6] - [6]線方向の矢視図である。

【図7】図5における[7] - [7]線方向の断面図である。

【符号の説明】

- |     |       |
|-----|-------|
| 1   | 蒸着重合室 |
| 2   | 排気管   |
| 3   | モノマ   |
| 4   | モノマ   |
| 5a  | モノマ容器 |
| 5a' | モノマ容器 |
| 5b  | モノマ容器 |
| 5b' | モノマ容器 |
| 6a  | 導入管   |
| 6b  | 導入管   |
| 10  | パレル   |

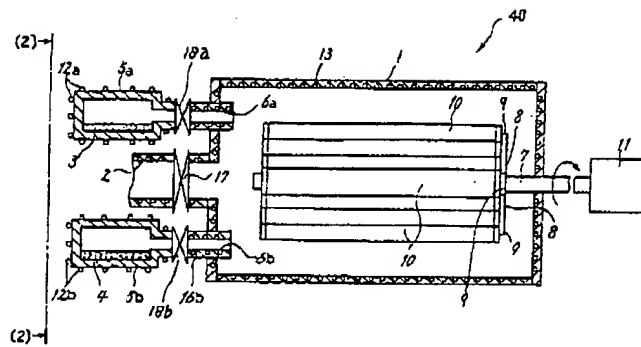
(5)

特開平7-216536

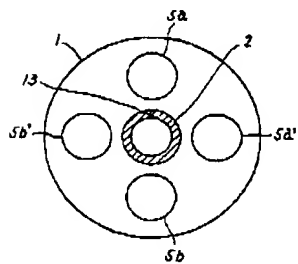
11 モータ  
17 バルブ

18 a バルブ  
18 b バルブ

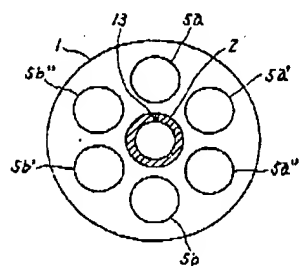
【図1】



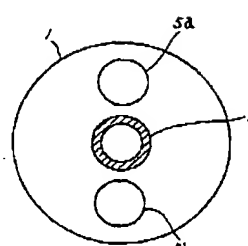
【図2】



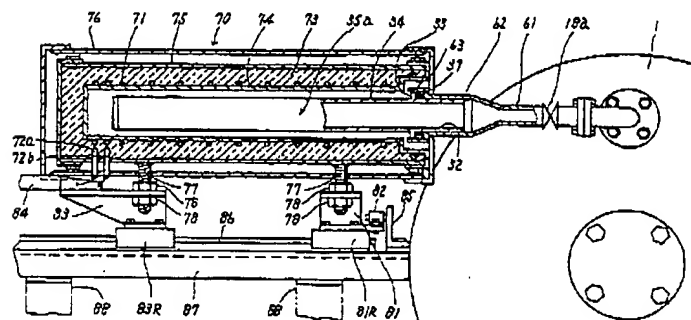
【図3】



【図6】



【図4】



特阴平 7-2 1 6 5 3 6